

Code: 598-48553  
Aimee/Guenzer

JAPANESE PATENT OFFICE  
PATENT JOURNAL  
KOKAI PATENT APPLICATION NO. HEI 8[1996]-17745

Technical Disclosure Section

Int. Cl. <sup>6</sup> :	H 01 L 21/205 C 23 C 16/46 H 05 B 3/00 3/14
Sequence Nos. for Office Use:	C 7512-3K F 7512-3K
Application No.	Hei 6[1994]-149053
Application Date:	June 30, 1994
Publication Date:	January 19, 1996
No. of Claims:	7 (Total of 7 pages; OL).
Examination Request:	Not requested

HEATER

Inventors:	Masayuki Shimada Toshiba Machine Co., Ltd., Numazu Office 2068-3 Ooka, Numazu-shi, Shizuoka-ken
------------	---

Yasuaki Honda  
Toshiba Machine Co.,  
Ltd., Numazu Office  
2068-3 Ooka,  
Numazu-shi, Shizuoka-ken

Shinichi Mitani  
Toshiba Machine Co.,  
Ltd., Numazu Plant  
2068-3 Ooka, Numazu-shi,  
Shizuoka-ken

Applicant:

000003458  
Toshiba Machine Co.,  
Ltd.  
4-2-11 Ginza, Chuo-ku,  
Tokyo

Agent:

Takehiko Suzue,  
patent attorney

[There are no amendments to this patent.]

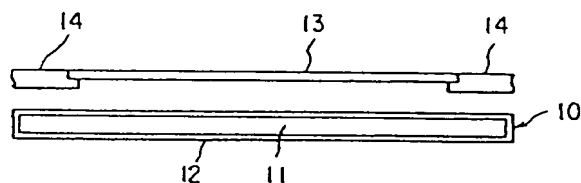
Abstract

Purpose

To offers a heater having improved durability used for direct heating of semiconductor wafers in semiconductor CVD processing equipment.

### Constitution

The present invention is equipped with heater main body (11) made of graphite, and protective film (12) that is formed by covering the entire surface of heater main body (11). Protective film (12) comprises a single-layer film of high-purity pyrolytic graphite or a laminated film comprising a first layer of high-purity pyrolytic graphite and a second layer of high purity silicon carbide.



### Claims

1. A heater used for direct heating of semiconductor wafers in semiconductor CVD processing equipment, characterized in having a heater main body made of graphite, and a protective film that covers the entire surface of the said heater main body, wherein said protective film comprises a single-layer film of high-purity pyrolytic graphite or a laminated film comprising a first layer of high-purity pyrolytic graphite and a second layer of high-purity silicon carbide.

2. The heater of Claim 1 wherein the protective film is a single-layer film.

3. The heater of Claim 1 wherein the protective film is a laminated film.

4. The heater of Claim 3 wherein the first layer of the protective film is formed in direct contact with the surface of the heater main body.

5. The heater of Claim 4 wherein the protective film is made up of three or more layers, wherein the [material of the] first layer and the second layer are alternately laminated.

6. The heater of Claim 3 wherein the second layer is formed in direct contact with the surface of the heater main body.

7. The heater of Claim 6 wherein the protective layer is made of three or more layers, and the first layer and second layer are alternately laminated.

#### Detailed explanation of the invention

[0001]

#### Industrial application field

The present invention pertains to a heater for directly heating a semiconductor wafer in a semiconductor CVD processing equipment; in particular, it pertains to a heater that has an increased service life.

[0002]

Prior art

As semiconductor chemical vapor deposition (CVD) processing equipment, a device equipped with a heater for directly heating the semiconductor wafer that is to be processed to a prescribed temperature is known. The back surface of the semiconductor wafer is heated to a prescribed temperature by means of a heater that is arranged separately from it.

[0003]

In addition to the requirement that the material for this type of semiconductor wafer direct heating be able to radiate heat, it is required that its purity be extremely high and that the metal content be held extremely low in order to prevent contamination of the wafer. Also, there is the requirement that it have superior corrosion- and heat-resistance, as well as a certain degree of strength. There are not many materials that satisfy all these requirements; in the past, in order to satisfy these requirements to a certain degree, graphite covered with high-purity SiC was used.

[0004]

The conventional heater comprising SiC-covered graphite was equipped with a heater main body made of ordinary graphite, and its circumference was covered with a protective film made up of extremely high-purity SiC. With regard to this SiC-covered

graphite, by means of the graphite of the heater main body which has the heating function, and the SiC protective film with the function of preventing the discharge outside the heater of contaminants emitted from the graphite during the heating and of preventing the contamination of the wafer, the heating of the wafer could be conducted without discharging any contaminants from the graphite to the exterior portion of the heater.

[0005]

However, in the case of using this type of SiC-covered graphite as a heater in a low-pressure atmosphere of  $H_2$  gas or a mixture of  $H_2$  and HCl gases there was comparatively good heat-resistance up to about  $1400^\circ C$ , but if approximately  $1400^\circ C$  was exceeded, the rate of consumption of the SiC protective film began to gradually increase, and when  $1450^\circ C$  was exceeded, the rate of consumption increased markedly, and because the heat-resistance of the SiC protective film greatly decreased, the problem occurred that the service life was shortened.

[0006]

Table I shows the relationship between increased rate of consumption of the SiC protective film thickness and increased heating temperature of the heater made of SiC-covered graphite used until now. If this SiC protective film, even in one heating section of the heater, is completely consumed, the graphite base material becomes exposed, and the wafer becomes contaminated and the heater unusable. In other words, when this occurs the service life of the heater is ended.

[0007]

Table I

Rate of consumption of the SiC film in an SiC-covered graphite heater for several heating temperatures (units:  $\mu\text{m}/\text{hour}$ )

温度 ①			
雰囲気成分 ②	1400℃	1450℃	1500℃
100% H <sub>2</sub>	0.23	0.27	0.45
97.5% H <sub>2</sub> + 2.5% HCl	1.55	1.82	2.90

雰囲気ガスの圧力はいずれの場合も100 Torr ③

Key: 1 Temperature  
 2 Type of atmosphere  
 3 The gas pressure in either case is 100 torr

[0008]

Problem to be solved by the invention

The object of the present invention is to offer heater for a semiconductor CVD processing equipment with a long service life, wherein the heat-resistance and corrosion-resistance are superior to heaters made of SiC-covered graphite, even in low-pressure atmospheres of H<sub>2</sub> gas or a mixture of H<sub>2</sub> and HCl gases.

[0009]

Means to solve the problem and function

In order to solve the above-mentioned problems, the present invention offers a heater characterized in that the heater main body is made of graphite and a protective film that is formed over the entire surface of the said heater main body comprises a single-layer film made of high-purity pyrolytic graphite or a laminated film consisting of a first layer of high-purity pyrolytic graphite and a second layer of high-purity silicon carbide.

[0010]

As described above, in the aforementioned semiconductor CVD processing equipment with the SiC-covered graphite that is used as the conventional heater material, because the coating of the SiC protective film on the graphite is performed by means of CVD processing at a temperature of about 1400°C, above approximately 1400°C, the SiC is easily consumed in a low-pressure atmosphere of H<sub>2</sub> gas, or a mixture of H<sub>2</sub> and HCl gases.

[0011]

In contrast, the high-purity pyrolytic graphite that is used in the protective film of the present invention is formed by means of a CVD process in a temperature region above approximately 2000°C, which is a much higher temperature than the peak heater usage temperature, and it is heat-treated at a high



temperature. It is superior to SiC in heat- and corrosion-resistance, has high purity and excellent crystal properties, and it is extremely dense. By means of covering the heater main body made of ordinary graphite with this type of high-purity pyrolytic graphite, its service life as a protective layer that prevents contaminant discharge from the heater graphite main body during heating, and therefore the service life of the heater, can be significantly increased. Therefore, the high-purity pyrolytic graphite can be used by itself as a protective film, and it can also be used in laminated form with the high-purity SiC used in the past.

[0012]

In the case of the protective film of the present invention, adopting the above-mentioned laminated construction, either the first layer made of high-purity pyrolytic graphite or the second layer made of high-purity SiC can be formed in direct contact with the surface of the heater main body, but it is preferable that the second layer made of the high purity SiC be made in direct contact with the surface of the heater main body. This laminated construction can be made of three or more layers where the above-mentioned first layer and second layer are alternately laminated. It is preferred that the uppermost layer of the protective film of the present invention be the high-purity pyrolytic graphite layer (first layer).

[0013]

Because the high purity pyrolytic graphite and the high purity SiC are both themselves high-purity materials, needless to say, they will not contaminate the semiconductor wafer. The high purity pyrolytic graphite used in the present invention can be formed by means of the CVD process on the circumferential surface of the base of the heater main body. In other words, using a hydrocarbon gas such as methane, propane, benzene, or acetylene as the raw material, it can be deposited on the substrate surface by pyrolyzing while controlling this along with a carrier gas of hydrogen within a range of 1500-2300°C. At this time, it is preferable that the proportion of the hydrocarbon gas contained within the gas mixture of a hydrocarbon gas for the raw material gas and the hydrogen gas for the carrier gas be less than 15%. It is preferable that the proportion of this hydrocarbon gas, which is the raw material gas contained in this gas mixture, be reduced as the temperature of the pyrolytic processing temperature increases. In this way, a graphite film of extremely high purity (overall impurity content of less than 10 ppm) can be obtained. Then, it is heat-treated at a high temperature (for example, 2600-3200°C). By this means, it becomes an extremely dense film that has 100% impermeability and superior crystallinity.

[0014]

The SiC that is that forms the protective film combined with the high-purity pyrolytic graphite of the present invention can be formed by means of the same type of CVD processes used until

now. These CVD processes can be consecutively conducted by means of the same processing equipment by changing the raw material gas.

[0015]

#### Application examples

Application examples of the present invention are explained below with reference to the figures. In all the figures, the same components are designated by the same keys. Figure 1 shows in simplified form the semiconductor wafer direct heating system of semiconductor CVD processing equipment in which the heater of the present invention is installed. The entire surface of shown in Figure 1, the semiconductor wafer (13) that is to be processed is supported by means of mounting fixture (14), and the heater (10) is placed separated from and facing its back surface. Heater (10) is provided with a heater main body (11) made of ordinary graphite. Entire surface of the heater main body (11) is covered by the protective film (12) of the present invention.

[0016]

Figure 2 is a cross-sectional view of the heater according to a first embodiment of the present invention. Heater main body (11) is covered by a single-layer protective film (12), and this protective film (12) is made of a single layer (21) of high-purity pyrolytic graphite.

[0017]

Figure 3 is a cross-sectional view of a heater according to a second embodiment of the present invention. Heater (11) is covered by the protective film (12) of a two-layer laminated construction. This protective film (12) is constructed by means of a second layer (22) made of high-purity SiC that directly covers the entire surface of heater main body (11), and first layer (21) made of high-purity pyrolytic graphite that is formed covering the entire surface of the second layer (22).

[0018]

Figure 4 is a cross-sectional view of a heater according to a third embodiment of the present invention. The arrangement of the first layer (21) and the second layer (22) that form the protective film (12) is opposite to the heater according to Figure 3. In other words, the first layer (21) (high-purity pyrolytic graphite layer) is formed in direct contact with the heater main body (11), and the second layer (22) (SiC layer) is formed on its surface

[0019]

Figure 5 is a cross-sectional view of a heater according to a fourth embodiment of the present invention. Heater main body (11) is covered by means of the protective film (12) of a three layer construction. This protective film (12) is constructed by means of first layer (21) (high-purity pyrolytic graphite layer) that directly covers the heater main body (11), second layer (22)

(high-purity SiC layer) that covers the first layer (21), and the first layer (21) (high-purity pyrolytic graphite layer) that covers the second layer (22).

[0020]

Figure 6 is a cross-sectional view of a heater according to a fifth embodiment of the present invention. Heater main body (11) is covered by means of the protective film (12) of a multi-layer construction. As for the protective film (12) of multi-layer construction, second layer (22) (high-purity SiC layer) on top of the heater main body (11) and the first layer (21) (high-purity pyrolytic graphite layer) are alternately laminated. The uppermost layer of the protective film (12) is constructed by means of a first layer (21) (high-purity pyrolytic graphite layer).

[0021]

Figure 7 is a partial cross section of a heater according to a sixth embodiment of the present invention. Heater main body (11) is covered by means of a protective film (12) of a multi-layer construction. In this protective film (12) of multi-layer construction, the order of laminating second layer (22) (high-purity SiC layer) followed by first layer (21) (high-purity pyrolytic graphite layer), is the opposite of that of Figure 6. Also, here, the uppermost layer of the protective film (12) is also constructed by means of a first layer (21) (high-purity pyrolytic graphite layer).

[0022]

In the present invention, the thickness of the protective film (12), and in particular, the thickness of the pyrolytic protective film and/or its number of laminations, can be determined in response to the desired heater durability. Application examples of the heater of the present invention are discussed below.

#### Application Example 1

The heater of the present invention of the design shown in Figure 2 and the SiC-covered graphite heater used until now were constructed, and comparison evaluations were conducted in regard to durability. The basic construction of the heating systems in which each heater was assembled is that which is shown in Figure 1.

[0023]

The high-purity pyrolytic graphite protective film for the heater of the present invention was formed by means of flowing a mixture of 5% propane gas and 95% H<sub>2</sub> gas at 2000°C for 3 h over the graphite substrate. The thickness was 20 μm. An electron micrograph of this protective film is shown in Figure 8.

[0024]

Also, the SiC film of the conventional heater was formed by means of flowing a mixture of SiCl<sub>4</sub> gas at 1400°C for 48 h over

the graphite substrate. The thickness was 60  $\mu\text{m}$ . In regard to the heaters at the time of evaluation, the amount of reduction in respective film thickness was measured when heating was conducted under the following uniform conditions.

[0025]

The heating conditions were as follows, and the heating was performed electrically.

Heating temperature: 1500°C

Heating time: 10 h

Atmosphere: In a mixed gas atmosphere of 97.5%  $\text{H}_2$  and 2.5%  $\text{HCl}$ , under a reduced pressure of 100 Torr.

[0026]

Electron micrographs of the protective film for each of the heaters after heating are shown in Figure 9 and 10. Figure 9 shows the heater of the present invention, and Figure 10 the heater used until now. As can be seen from Figure 9, in the heater of the present invention, absolutely no damage (reduction in film thickness) can be recognized in the pyrolytic graphite layer (22) (compare with Figure 8), and the heater of the present invention shows extremely good durability. In contrast, as can be seen from Figure 10, in the SiC protective film of the heater used until now, along with a large reduction in film thickness (specifically, about 40  $\mu\text{m}$ ) of the SiC protective film, a large number of changes in quality due to abnormal protrusions (30) can be recognized.

[0027]

Application Example 2

The heaters of the present invention having the protective films shown in the Table II below and the conventional SiC-covered graphite heater were constructed and comparatively evaluated in regard to durability. The basic construction of the heating system in which each heater was assembled is shown in Figure 1.

[0028]

The high-purity pyrolytic graphite protective film of the heater of the present invention, except for the heater of Application Example 1, was formed in the same manner as Application Example 1, and each had a thickness of 30  $\mu\text{m}$ . Also, the SiC layer of the conventional heater and the SiC layer of the protective film of the heater of the present invention were formed in the same manner as in Application Example 1, and each had a thickness of 100  $\mu\text{m}$ .

[0029]

In regard to the respective heaters at the time of evaluation, the measurements regarding the amount of dimensional



[0030]

The heating conditions were as follows, and the heating was performed electrically.

Heating temperature: 1450°C

Heating time: 10 h

Atmosphere: In a 100% H<sub>2</sub> atmosphere, under a reduced pressure of 100 Torr.

[0031]

When the amount of reduction in film thickness due to heating was measured by means of the aforementioned method, the amount of reduction of the pyrolytic graphite layer was 0.17  $\mu\text{m}$  for 10 h, and the amount of reduction per unit time was 0.017  $\mu\text{m}/\text{hour}$ . Due to this reduced speed, the time until the pyrolytic graphite layer with a thickness of 30  $\mu\text{m}$  is completely consumed is  $30/0.017 \approx 1765$  h. If the thickness of the pyrolytic graphite layer is 100  $\mu\text{m}$ , then the service life is  $100/0.017 \approx 5882$  h.

[0032]

In contrast, in the SiC-covered graphite heater used until now, the amount of reduction in film thickness of the SiC was 2.74  $\mu\text{m}$  in 10 h, and the amount of film thickness reduction per unit time was 0.274  $\mu\text{m}/\text{hour}$ . Due to this reduction speed, the time until the 100  $\mu\text{m}$ -thickness SiC layer is completely consumed and its service life as a heater is ended becomes  $100/0.274 \approx 365$  h.

[0033]

In the heater of the present invention, in the event that the protective film is a laminated construction of an SiC layer and a pyrolytic graphite layer, the service life becomes the total time of the lifetime of the SiC layer and the lifetime of the pyrolytic graphite layer.

[0034]

An impurity analysis of the semiconductor wafer after it was heated under the above-mentioned conditions was performed. The results are shown in Table II. As these results show, the heater of the present invention can thermally process a semiconductor wafer without contaminating the semiconductor wafer.

[0035]

Table II

Conditions of improved durability of the heater of the present invention due to the covering of the protective layer, and the conditions of presence or absence, and the degree of, semiconductor wafer contamination due to the respective heaters.

被覆層の構造 ①	ヒータの寿命 ②	半導体ウエハの不純物分析値 ③
SiC単独 (従来例) ④	365時間 ⑤	⑥ 1MCL未満
熱分解黒鉛単独 ⑦	1765時間 ⑤	2~3MCL
SiC+熱分解黒鉛 ⑧	2130時間 ⑤	1MCL未満
SiC+熱分解黒鉛 +SiC+熱分解黒鉛 ⑨	4260時間 ⑤	1MCL未満

- Key: 1 Construction of the covering layer  
 2 Service life of the heater  
 3 Impurity analysis value of the semiconductor wafer  
 4 SiC only (prior example)  
 5 H  
 6 Less than 1 MCL  
 7 Pyrolytic graphite only  
 8 SiC + pyrolytic graphite  
 9 SiC + pyrolytic graphite, + SiC + pyrolytic graphite

[0036]

#### Effect of the invention

As was presented above, according to the present invention, a heater used for the heating of a semiconductor CVD processing equipment can be offered wherein the service life is significantly increased.

#### Brief description of the figures

Figure 1 is a simplified view of the heating system for semiconductor CVD processing equipment in which the heater of the present invention is installed.

Figure 2 is a cross-sectional view of a heater based on a first embodiment of the present invention.

Figure 3 is a cross-sectional view of a heater based on a second embodiment of the present invention.

Figure 4 is a cross-sectional view of a heater based on a third embodiment of the present invention.

Figure 5 is a cross-sectional view of a heater based on a fourth embodiment of the present invention.

Figure 6 is a cross-sectional view of a heater based on a fifth embodiment of the present invention.

Figure 7 is a cross-sectional view of a heater based on a sixth embodiment of the present invention.

Figure 8 is an electron micrograph showing the crystal structure of the protective film circumference of a heater based on the first embodiment of the present invention.

Figure 9 is an electron micrograph showing the crystal

structure of the protective film circumference of a heater based on the first embodiment of the present invention, after heating.

Figure 10 is an electron micrograph showing the crystal structure of the protective film circumference of a heater used until now.

#### Explanation of the reference numerals

- 10. Heater
- 11. Heater main body
- 12. Protective film
- 13. Semiconductor wafer
- 14. Mounting fixture
- 21. High-purity pyrolytic graphite layer
- 22. High-purity SiC layer

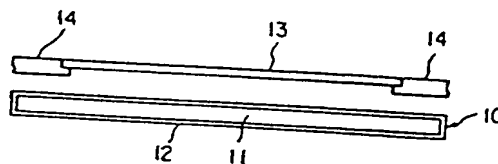


Figure 1

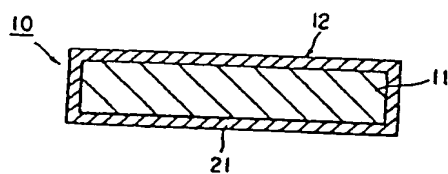


Figure 2

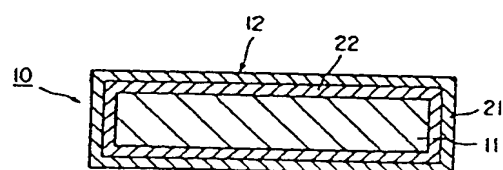


Figure 3

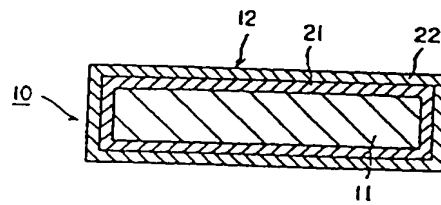


Figure 4

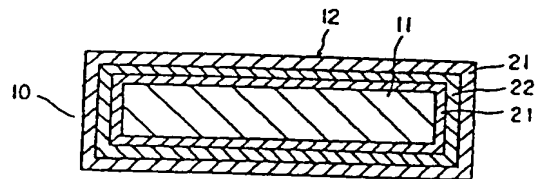


Figure 5

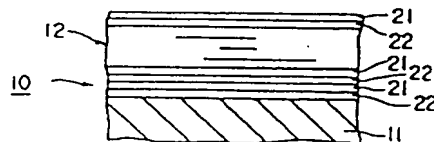


Figure 6

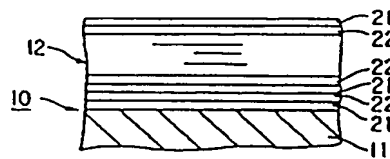


Figure 7

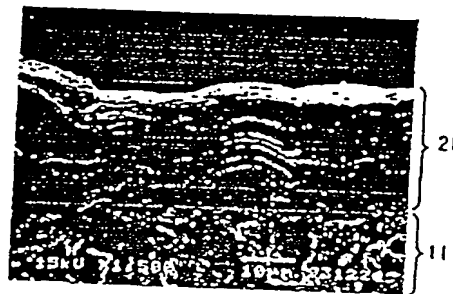


Figure 8

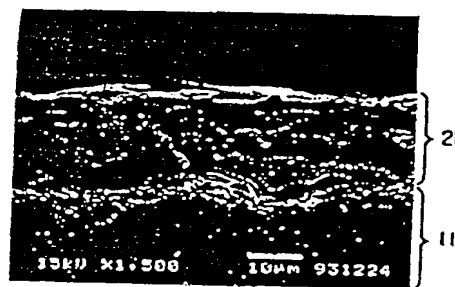


Figure 9



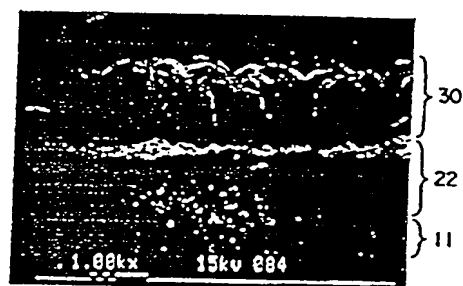


Figure 10

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-17745

(43)公開日 平成8年(1996)1月19日

(51)Int.Cl.*	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L 21/205				
C 2 3 C 16/46				
H 0 5 B 3/00	3 7 0			
3/14		C 7512-3K		
		F 7512-3K		

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平6-149053

(22)出願日 平成6年(1994)6月30日

(71)出願人 000003458

東芝機械株式会社

東京都中央区銀座4丁目2番11号

(72)発明者 島田 真幸

静岡県沼津市大岡2068の3 東芝機械株式  
会社沼津事業所内

(72)発明者 本多 恭章

静岡県沼津市大岡2068の3 東芝機械株式  
会社沼津事業所内

(72)発明者 三谷 慎一

静岡県沼津市大岡2068の3 東芝機械株式  
会社沼津事業所内

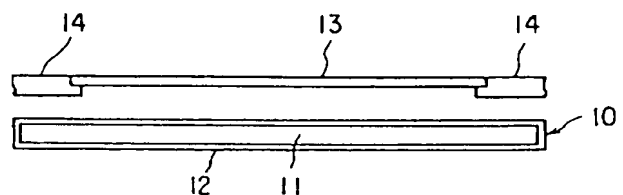
(74)代理人 弁理士 鈴江 武彦

(54)【発明の名称】 ヒータ

(57)【要約】

【目的】向上した寿命を有する、半導体CVD処理装置における半導体ウエハ直接加熱用ヒータを提供する。

【構成】黒鉛からなるヒータ本体11、およびヒータ本体11の全表面を覆って形成された保護膜12を備える。保護膜12は、高純度熱分解黒鉛からなる単一層膜、または高純度熱分解黒鉛からなる第1の層と高純度炭化ケイ素からなる第2の層との積層膜からなる。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 半導体CVD処理装置の半導体ウエハ直接加熱用ヒータであって、黒鉛からなるヒータ本体、および該ヒータ本体の全表面を覆って形成された保護膜を備え、該保護膜は、高純度熱分解黒鉛からなる単一層膜、または高純度熱分解黒鉛からなる第1の層と高純度炭化ケイ素からなる第2の層との積層膜からなることを特徴とするヒータ。

【請求項2】 保護膜が、単一層膜である請求項1記載のヒータ。

【請求項3】 保護膜が、積層膜からなる請求項1記載のヒータ。

【請求項4】 第1の層が、ヒータ本体の表面に直接接触して形成されている請求項3記載のヒータ。

【請求項5】 保護層が3層以上からなり、第1の層と第2の層とが交互に積層されている請求項4記載のヒータ。

【請求項6】 第2の層が、ヒータ本体の表面に直接接触して形成されている請求項3記載のヒータ。

【請求項7】 保護層が3層以上からなり、第1の層と第2の層とが交互に積層されている請求項6記載のヒータ。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、半導体CVD処理装置において半導体ウエハを直接加熱するためのヒータに係り、特に、向上した可使寿命を有するヒータに関する。

【0002】

【従来の技術】 半導体化学気相成長(CVD)処理装置として、処理すべき半導体ウエハを所定の温度に直接加熱するためのヒータを具備するものが知られている。半導体ウエハは、離間・配置されたヒータにより裏面から所定の温度に加熱される。

2

の材料には、発熱機能を有することに加えて、ウエハの汚染防止の目的から、極めて純度が高くかつ金属成分の含有量が極めて低く保たれていることが要求される。また、優れた耐食性及び耐熱性、並びにある程度の強度を有することも要求される。これらの要件をすべて満足する材料は単体としてはほとんど存在せず、従来これら要件をある程度満足するものとして、高純度のSiCで被覆された黒鉛が使用されてきた。

【0004】 SiC被覆黒鉛からなる従来のヒータは、通常の黒鉛からなるヒータ本体を備え、その周囲がきわめて純度の高いSiCからなる保護膜で覆われている。このSiC被覆黒鉛は、加熱機能をヒータ本体の黒鉛が担い、加熱時に黒鉛より発生する汚染物質がヒータ外へと放出されウエハを汚染することを防止する機能をSiC保護膜が担うことにより、黒鉛からの汚染物質をヒータ外部へと放出することなく、ウエハの加熱を行うことができる。

【0005】 しかしながら、このようなSiC被覆黒鉛をヒータとして、H<sub>2</sub>もしくはH<sub>2</sub>とHClの混合ガスを成分として含む減圧雰囲気下で使用する場合、1400℃付近までは比較的良好な耐性を示すが1400℃付近を越えると、SiC保護膜の消失速度が次第に増大し始め、1450℃を越えると、その消失速度は著しく増大し、SiC保護膜の耐性が大きく低下するために、ヒータが短寿命化するという問題を抱えていた。

【0006】 従来のSiC被覆黒鉛製ヒータにおける、加熱温度の上昇に伴うSiC保護膜の膜厚減少速度の増加状況について表1に示す。このSiC保護膜が、ヒータ加熱部の一部においても、完全に消失してしまえば、基材の黒鉛がむき出しの状態となり、ウエハへの汚染が生ずるようになるため、ヒータとしては使用不可能となる。すなわち、この状況が生じた時点で、ヒータは寿命を迎えていた。

【0007】

表1 各加熱温度でのSiC被覆黒鉛ヒータにおける  
SiC被膜の膜厚減少速度 (単位は $\mu\text{m}/\text{時}$ )

温度			
雰囲気成分	1400℃	1450℃	1500℃
100% H <sub>2</sub>	0.23	0.27	0.45
97.5% H <sub>2</sub> + 2.5% HCl	1.55	1.82	2.90

雰囲気ガスの圧力はいずれの場合も100 Torr

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、H<sub>2</sub> または H<sub>2</sub> と HCl との混合ガスを成分として含む減圧雰囲気下においてもSiC被覆黒鉛製ヒータよりもさらに耐熱性・耐食性に優れ、もってさらに向上した可使寿命を有する、半導体CVD処理装置のヒータを提供することを課題とする。

【0009】

【課題を解決するための手段および作用】上記課題を解決するために、本発明は、黒鉛からなるヒータ本体、および該ヒータ本体の全表面を覆って形成された保護膜を備え、該保護膜は、高純度熱分解黒鉛からなる単一層膜、または高純度熱分解黒鉛からなる第1の層と高純度炭化ケイ素からなる第2の層との積層膜からなることを特徴とするヒータを提供する。

【0010】既述のように、上述の半導体CVD処理装置において、従来ヒータ材として使用されてきたSiC被覆黒鉛では、黒鉛上へのSiC保護膜の被覆を、1400℃前後の温度におけるCVD処理によって行っているため、1400℃を越える温度域で、特にH<sub>2</sub> 又はH<sub>2</sub> とHCl との混合ガスを成分として含む減圧雰囲気下において、SiCの消失が生じ易くなる。したがって、1400℃付近以上の温度ではSiC保護膜の減少速度は増大し、耐性は低下する。

【0011】これに対し、本発明において保護層に使用する高純度熱分解黒鉛は、ヒータの使用温度よりはるかに高温の約2000℃以上の温度域でCVD処理により生成され、かつ高温で熱処理されたものであり、SiCよりも耐熱性・耐腐食性に優れ、高純度で結晶性に極めて優れ、非常に緻密なものである。このような高純度熱分解黒鉛により通常の黒鉛からなるヒータ本体を被覆することにより、ヒータ加熱時のヒータ黒鉛本体からの汚染物放出を防止する保護層としての寿命、したがってヒ

て、高純度熱分解黒鉛は、これを単独で保護層として使用することもできるし、従来の高純度SiCとの積層構造として使用することもできる。

20 【0012】本発明の保護膜が上記積層構造をとる場合、高純度熱分解黒鉛からなる第1の層と高純度SiCからなる第2の層のいずれがヒータ本体の表面に直接接して形成されていてもよいが、高純度SiCからなる第2の層をヒータ本体の表面に直接接するようにすることが好ましい。この積層構造は、3層以上としてもよく、上記第1の層と第2の層とを交互に積層する。好ましくは、本発明の保護層は、最上層に高純度熱分解黒鉛層(第1の層)を有する。

30 【0013】なお、高純度熱分解黒鉛および高純度SiCは、ともに、高純度故に、それ自体が半導体ウエハを汚染することがないことはいうまでもない。本発明に使用する高純度熱分解黒鉛は、通常の黒鉛からなるヒータ本体等の基体の周囲表面にCVD処理により形成することができる。すなわち、メタン、プロパン、ベンゼン、アセチレン等の炭化水素ガスを原料とし、これをキャリアガスの水素とともに(黒鉛)基板上へと送り、1500℃~2300℃の範囲の温度で制御しながら熱分解させて基体上に堆積させる。この際、原料ガスの炭化水素ガスとキャリアガスの水素ガスとの混合ガス中に占める炭化水素ガスの割合は15%以下とすることが望ましい。この混合ガスに占める原料ガスである炭化水素ガスの割合は、その熱分解処理温度が高温となるほど低めに抑えることが望ましい。こうして極めて純度の高い(不純物の総含有率10ppm以下)黒鉛膜が得られる。しかる後、これを高温(例えば、2600℃ないし3200℃)で熱処理する。これにより結晶性に優れ、100%の気密性を有する極めて緻密な膜となる。

40 【0014】本発明において高純度熱分解黒鉛と組み合わせて保護膜を構成するSiCは、従来と同様のCVD

5

は、同一処理装置により、原料ガスを変えることにより、連続的に行うことができる。

【0015】

【実施例】以下、本発明の実施例を図面を参照して説明する。全図に渡り、同一部分は、同一符号で示されている。図1は、本発明のヒータを組み込んだ半導体CVD処理装置の半導体ウエハ直接加熱系を概略的に示すものである。図1に示すように、処理すべき半導体ウエハ13は、治具14により支持され、その裏面側に本発明のヒータ10が離間して対向・配置されている。ヒータ10は、通常の黒鉛からなるヒータ本体11を備える。ヒータ本体11は、その全表面が本発明の保護膜12で被覆されている。

【0016】図2は、本発明の第1の態様によるヒータの断面図である。ヒータ本体11は、単一層の保護膜12で被覆され、この保護膜12は、高純度熱分解黒鉛の単一層21からなる。

【0017】図3は、本発明の第2の態様によるヒータの断面図である。ヒータ本体11は、2層積層構造の保護膜12で被覆されている。この保護膜12は、ヒータ本体11の全表面を直接覆う高純度SiCからなる第2の層22と、第2の層22の全表面を覆って形成された高純度熱分解黒鉛からなる第1の層21により構成されている。

【0018】図4は、本発明の第3の態様によるヒータの断面図である。このヒータは、保護層12を構成する第1の層21と第2の層22の配置が図3と逆になっている。すなわち、ヒータ本体11に直接接して第1の層21（高純度熱分解黒鉛層）が形成され、その上に第2の層22（SiC層）が形成されている。

【0019】図5は、本発明の第4の態様によるヒータの断面図である。ヒータ本体11は、3層構造の保護膜12により被覆されている。この保護層12は、ヒータ本体11を直接被覆する第1の層21（高純度熱分解黒鉛層）、第1の層21を被覆する第2の層22（高純度SiC層）、および第2の層22を被覆する第1の層21（高純度熱分解黒鉛層）により構成されている。

【0020】図6は、本発明の第5の態様によるヒータの部分断面図である。ヒータ本体11は、多層構造の保護膜12により被覆されている。多層構造の保護膜12は、ヒータ本体11上に第2の層22（高純度SiC層）と第1の層21（高純度熱分解黒鉛層）が交互に積層されてなる。保護膜12の最上層は第1の層21（高純度熱分解黒鉛層）により構成されている。

【0021】図7は、本発明の第6の態様によるヒータの部分断面図である。ヒータ本体11は、多層構造の保護膜12により被覆されている。多層構造の保護膜12

6

（高純度熱分解黒鉛層）により構成されている。

【0022】なお、本発明において保護層12の厚さ、特に熱分解保護層の厚さ、および/またはその積層数は、所望のヒータ寿命に応じて決定することができる。以下、本発明のヒータを用いた実験例を記載する。

実験例 1

図2に示す構造の本発明のヒータと従来のSiC被覆黒鉛製ヒータとを作成し、耐性について比較評価を行った。各ヒータを組み入れた加熱系の基本構造は、図1に示す通りである。

【0023】本発明のヒータの高純度熱分解黒鉛保護層は、プロパンガス5%とH<sub>2</sub>ガス95%の混合ガスを2000℃の黒鉛基板上に3時間流すことによって形成した。厚さは、20μmであった。この保護膜の電子顕微鏡写真を図8に示す。

【0024】また、従来のヒータのSiC膜は、SiCl<sub>4</sub>の混合ガスを1400℃の黒鉛基板上に48時間流すことによって形成した。厚さは、60μmであった。評価に当たっては、それぞれのヒータについて、下記の同一条件において加熱を行ったときの減少量を測定した。

【0025】加熱条件は下記の通りであり、加熱は通電加熱により行った。

加熱温度 : 1500℃

加熱時間 : 10時間

雰囲気 : 97.5% H<sub>2</sub> と 2.5% HCl との混合ガス雰囲気で100 Torrの減圧下。

【0026】加熱後の各ヒータの保護膜の電子顕微鏡写真を図9および図10に示す。図9は、本発明のヒータのものであり、図10は、従来のヒータのものである。図9からわかるように、本発明のヒータにおいて、熱分解黒鉛層22に損傷（膜厚の減少）は全く認められず

（図8との比較）、本発明のヒータは非常に優れた耐性を示す。これに対して図10からわかるように、従来のヒータのSiC保護膜では、SiC被覆膜において大幅な膜厚の減少（具体的には、約40μm）が認められるとともに、多数の異常突起30による変質が認められた。

【0027】実験例 2

下記表2に示す保護層を有する本発明のヒータと従来のSiC被覆黒鉛製ヒータとを作成し、耐性について比較評価を行った。各ヒータを組み入れた加熱系の基本構造は、図1に示す通りである。

【0028】実験例1のヒータ以外の本発明のヒータの高純度熱分解黒鉛保護層は、実験例1と同様に形成し、いずれも各厚さは、30μmであった。また、従来のヒータのSiC層、および本発明ヒータの保護膜のSiC

7

いて、下記の同一条件において加熱を行ったときの単位時間あたりの寸法減少量について測定し、それぞれのヒータとしての寿命を算出した。

【0030】加熱条件は下記の通りであり、加熱は通電加熱により行った。

加熱温度 : 1450℃

加熱時間 : 10時間

雰囲気 : 100%Hz 雰囲気で100 Torrの減圧下。

【0031】以上の手法により、加熱による膜厚減少量を測定したところ熱分解黒鉛層の減少量は10時間で0.17μmであり、単位時間当りの減少量は0.017μm/時であった。この減少速度によると、30μmの厚さの熱分解黒鉛層が安全に消失するまでの時間は、 $30/0.017 \approx 1765$ 時間である。なお、熱分解黒鉛層の厚さを100μmとすると、その寿命は、 $100/0.017 \approx 5882$ 時間となる。

【0032】これに対し、従来のSiC被覆黒鉛製ヒータ\*

表2 被覆膜の複層化による、本発明ヒータの寿命向上の状況並びにそれぞれのヒータによる半導体ウエハ汚染の有無・程度

被覆層の構造	ヒータの寿命	半導体ウエハの不純物分析値
SiC単独 (従来例)	365時間	1MCL未満
熱分解黒鉛単独	1765時間	2~3MCL
SiC+熱分解黒鉛	2130時間	1MCL未満
SiC+熱分解黒鉛 +SiC+熱分解黒鉛	4260時間	1MCL未満

(1MCL =  $1 \times 10^{10}$  原子/cm<sup>2</sup>)

【0036】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、可使寿命が著しく向上した、半導体CVD処理装置の加熱用ヒータが提供される。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のヒータを組み込んだ、半導体CVD処理装置の加熱系の概略図。

【図2】本発明の第1の態様によるヒータの断面図。

【図3】本発明の第2の態様によるヒータの断面図。

【図4】本発明の第3の態様によるヒータの断面図。

8

\*タにおいては、SiCの膜厚減少量は10時間で2.74μmであり、単位時間当りの膜厚減少量は0.274μm/時であった。この減少速度によると、100μmの厚さのSiC層が完全に消失しヒータとして寿命を迎えるまでの時間は、 $100/0.274 \approx 365$ 時間となる。

【0033】本発明のヒータにおいて、保護膜がSiC層と熱分解黒鉛層との積層構造からなる場合、寿命は、SiC層の寿命時間と熱分解黒鉛層の寿命時間との合計時間となる。

【0034】なお、上記条件で半導体ウエハを加熱した後の半導体ウエハについて不純物分析も行った。結果を表2に併せて示す。この結果からもわかるように、本発明のヒータは半導体ウエハを汚染することなく半導体ウエハを加熱処理できる。

【0035】

【表2】

【図7】本発明の第6の態様によるヒータの部分断面図。

【図8】本発明の第1の態様によるヒータの保護膜周辺の結晶構造を示す電子顕微鏡写真図。

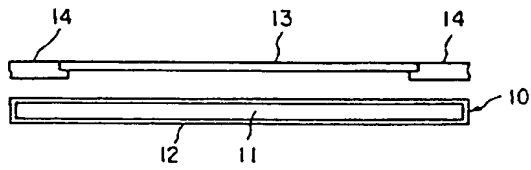
【図9】本発明の第1の態様によるヒータの加熱後の保護膜周辺の結晶構造を示す電子顕微鏡写真図。

【図10】従来のヒータの加熱後の保護膜周辺の結晶構造を示す電子顕微鏡写真図。

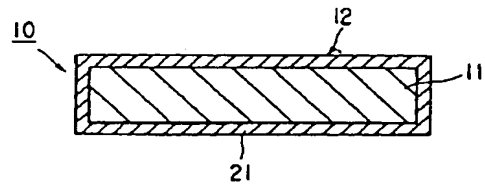
【符号の説明】

10…ヒータ、11…ヒータ本体、12…保護膜、13

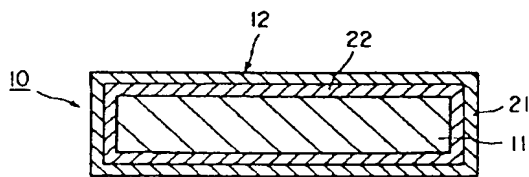
【図 1】



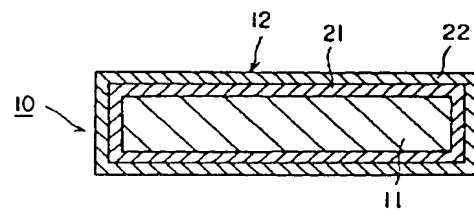
【図 2】



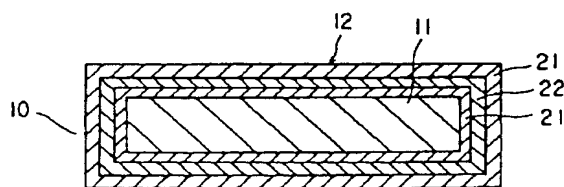
【図 3】



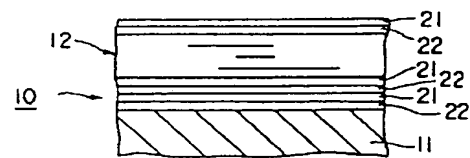
【図 4】



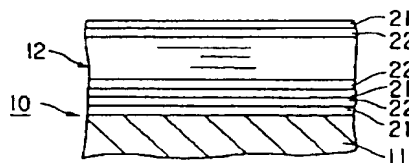
【図 5】



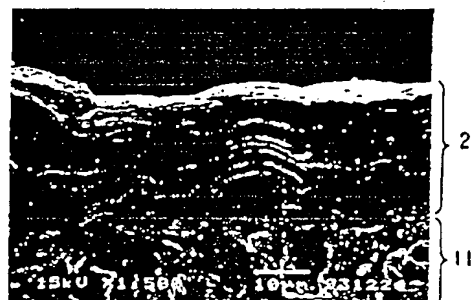
【図 6】



【図 7】



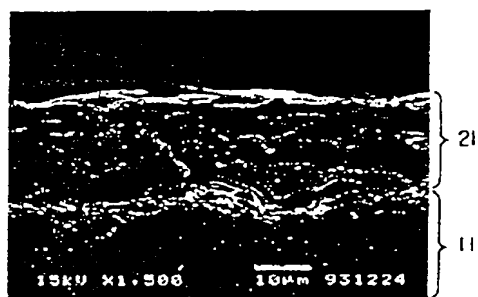
【図 8】



(7)

特開平8-17745

【図9】



【図10】

